DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 60255941 A
TITLE: MANUFACTURE OF RARE EARTH ELEMENT-TRANSITION METAL
ELEMENT-SEMIMETAL
ALLOY MAGNET

CCXR: 419/29

FPAR:

PURPOSE: To manufacture a magnet material superior in magnetic characteristic by sintering a formed body of rare earth element - transition metal element - semimetal element alloy powders at a specified temp. in vacuum or inert gas atmosphere, then heat treating said body at a specified temp.

FPAR:

CONSTITUTION: The formed body of said powders is sintered at 1,050∼1,150°C in vacuum or inert gas atmosphere. Thereafter, the sintered body is heat treated at 550∼750°C temp., to obtain the rare earth element - transition metal element - semimetal alloy magnet material superior in magnetic characteristic such as max. energy product, etc. with good reproducibility. In said method, ≤10°C/min cooling rate after the sintering is preferable, 5∼60min holding time in heat treatment, and ≥50°C/min cooling rate thereafter are preferable. In said alloy, usings of Nd, Fe or a metal in which a part of Fe is substituted by Co, and B are preferable for rare earth element, transition metal and semimetal, respectively.

⑩ 日本国特許庁(JP)

40特許出願公開

1

四公開特許公報(A)

昭60 - 255941

@Int_Cl_4

識別記号

庁内整理番号

母公開 昭和60年(1985)12月17日

C 22 C C 22 F 1/04

8218-4K 8019-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

❷発明の名称

希土類元素-遷移金属元素-亜金属合金磁石の製造方法

顧 昭59-108687 创特

魯出 願 昭59(1984)5月30日

砂発 明 者 大 槻 悦夫

仙台市郡山6丁目7番1号 東北金属工業株式会社内

砂発 明 者 砂出 願 人 佐藤 忠 邦 仙台市郡山6丁目7番1号 東北金属工業株式会社内

東北金属工業株式会社 仙台市郡山6丁目7番1号 砂代 理 人 弁理士 芦田 外2名

1. 発明の名称

希土類元素 ~ 遷移金属元素 ~ 亜金属合金磁石 ・の製造方法、

2. 特許請求の範囲

- 1. 希土類元素-遷移金属元素-亜金属合金粉 末の成形体を真空中あるいは不活性ガス雰囲気中 **にて1050~1150℃の温度で焼結し,その後** 5 5 0 ~ 7 5 0 ℃の温度で熱処理するととを特徴 とする希土類元素 - 遷移金属元素 - 亜金属合金磁 石の製造方法。
- 2. 前記第1項の製造方法において,上記焼結 後の冷却速度が10℃/分以下とした製造方法。
- 3. 前記第1項の製造方法において、上記熱処 理の保持時間が5~60分であり、その後の冷却 速度を50℃/分以上とした製造方法。
- 4. 前配第1項の製造方法において,希土類元 素~ネオジウム,遷移金属が鉄またはその一部を

コパルで置換したもの,亜金属がホウ索であると とを特徴とする製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、オオジム - 鉄を基本系とし、種々の 希土類元素、選移金属元素および亜金属元素を含 む希土類水久磁石材料の製造方法に関し、とくに、 高エネルギ積の磁性体を製造する方法に関するも のである。

〔従来技術〕

希土類元素 - 遷移金属間化合物は飽和磁化が高 いため、高エネルギー積磁石材料としての可能性 を有する。その中で、Sm - Co 系合金は高飽和磁 化に加えて高磁気異方性を持つため、現在、高性 能磁石材料の中心をなし、最大エネルギ積(BH)_{max} ~32 MGOoに達するまでに至った。

〔技術的舞頭〕

しかし,Sm 原料の供給 が過迫し,さらに Co は価 格変動が大きいことから、SmやCoの使用量ので

特閲昭60-255941(2)

きるだけ少ない希土類磁石の開発が急がれている。
ネオジウム - 鉄合金は Sm - Co 系合金を愛猟する
飽昭磁化をもちながらも、磁化のあるためができなかった。しかし、超急冷材料の研究 (N.C. Koon 他 Appl. Phys. Lett. 39 (0) 1981、840~842 ページ) 希土類元素 - 遷移金属間化合物の磁性に及です。全人の効果等の研究にもとづき、ネオサンによった。ところが、その合金の製造方法は全く分っていない。

(発明の目的)

本発明は,ネオンウム - 鉄 - ホウ素系のように 希士類元素 - 遷移金属 - 亜金属からなり,なるべ く Sm や Co の使用量が少なく,しかも, Sm - Co 磁石に比して高いエネルギー 積を有する磁石材料 を再現性良く製造する方法を提供することを目的 とする。

[発明の構成]

本発明は,希土類元素(R) - 遷移金属元素(T) - 亜

なお,本発明において、希土類元素 R は N d ,Pr ,La ,Ce ,Tb ,Dy , Ho , Er ,Eu , Sm ,Gd , Pm , Tm , Yb , Lu の一種又は組み合わせであるが,好ましくは N d , Pr が良い。 また遅移金属 T は Fe , Co , N i の一種で,好ましくは Fe の一種又は Co との組み合わせが良い。又,亜金属 P はホク素 B , シリコン S i , リン P , 炭素 C , ゲルマニ

金属(P)合金粉末の成形体を真空中あるいは不活性 ガス雰囲気中にて1050~1150 ℃の温度で焼結 し、その後550~750 ℃の温度で熱処理する ことを特徴とする希土類元素 - 遷移金属元素 - 亜 金属合金磁石の製造方法である。

ととで、焼結温度が1050℃未満では焼結性が 悪く、密度が向上せず、Brが向上しない。一方 1150℃を越えると、結晶成長してHcが低下して しまう。従って高いエネルギー積((BH)_{max})を得 るには,焼粕温度は1050~1150℃の範囲が必要 で、この範囲で真空度に近いものが得られる。

なお、焼結に引き続く冷却スピードも磁石特性 に影響を及ぼす。この冷却スピードは1分当り 10で以下の比較的ゆっくりとしたスピードが好ましい。

上記 熱 処 理 温 度 は , 5 5 0 ℃ 以 下 で は 角 形 性 が 悪 く な り , ま た 7 5 0 ℃ 以 上 で は 熱 処 理 効 果 は な く な る の で , 5 5 0 ~ 7 5 0 ℃ の 範 囲 に 選 だ れ る が , 好 ま し く は 6 0 0 ~ 6 5 0 ℃ が 良 い 。

なお、無処理の保持時間は5~60分で行うの

ゥム Ge , 證案Nの一種又は組み合わせであるが, 好ましくはBが良い。

そして,最終的製品の金属間化合物相は全量の $70\sim90$ % が $\left(R_2T_{12}\right)_{1-x}$ Px (但し $x=0.1\sim0.35$) の磁性相を含むととを意味する。

以下本発明の実施例について詳細に説明する。 実施例1

〔プロセス〕〕

ネオジウムが33.6 wtf, ホウ素が1.05 wtf, 鉄が残部となるように、アルゴン雰囲気中で高周 波加熱により合金を溶解した。

次に、この合金インコットを粗粉砕した後、ポールミルを用いてやり粒径約4μm に微粉砕した。この粉末を約10k0cの磁界中150MP の圧力で成形した。この成形体を真空雰囲気中1060℃で2時間焼結後、0.5~1000℃/分の速度でおした。各磁気特性と冷却速度が遅くなるのにたた。各が明らかで、冷却速度が遅くなるによがい磁石特性は上昇し、0.5~10℃/分で最

特開昭60-255941(3)

高値に達した。

上記の1060℃2時間真空焼結後食1℃/分ずで冷却して得た試料Aをさらに加熱して500~700℃30分間熱処理した。得られた試料の最大エネルギ積と熱処理温度との関係を第2図に示した。また、曲線。、b、cは熱処理後の冷却速度が100℃/分,50℃/分,1℃/分のものである。熱処理後の冷却速度に関係なく600~650℃のととろにピーク値を持つ。そして冷却速度が100℃/分とした時には550℃~750℃の保持で熱処理すれば(BH)max は処理なしの時より大きく向上していることが分る。

上述の試料 A 化ついて、熟処理の保持時間の検討を進めた。600℃、5分~1時間熱処理後約100℃/分で急冷した。この試料の最大エネルギ糠と熱処理時間との関係を第3図に示す。5~45分の熱処理で高特性が得られることがわかる。また、60分以上となると磁石特性の向上はなくなる。

次に上記した1060℃で2時間焼結後,0.5~

1000℃/分の速度で冷却した全ての試料を600℃で30分間熱処理し、その後冷却速度100℃/分で冷却した。との場合の磁石特性を第4図に示す。第1図及び第4図とを比較すれば、第4図における特性は格段に勝れていることが明らかで、

(BH)_{max} が 4 0 MGO。以上と、これまでの Sm - Co 磁 石では得られなかった磁石特性が安定して得られるととが分る。

実施例 2

オオジウム (Nd) が 2 1.3 1 wt % , ホウ素 (B)が 1.2 wt % , 残部鉄 (Fe) となるように 原料を秤量し アルゴン雰囲気下の高周波 加熱により溶解して母合金 (とれを便宜上 B 合金) を得た。

また Nd 6 9.5 wt 多, コベルト (Co) が 3 0.5 wt 多。 残部 Fe として, 前記 同様に母合金 (とれを C 合金) を得た。

B 合金は強磁性合金で、C 合金は非磁性合金である。B 及び C 合金を夫々粉砕装置によってほぼ6 μm の粒子径に粉砕し、B 合金粉末、C 合金粉末を得、 B A A C を B A A C B B A C B

全体の粒子径が3~4μm となるように混合及び酸粉砕した。その後、この粉末を磁場中(10k0eの磁場)で15 ø×8 tの円柱を成型し、この成型体を1080で真空中で2時間焼結保持し、1 て/分の速度で室温まで冷却した。ととで磁石特性を測定した。

次ぎに、上記焼結体をさらに6000でで20分 熱処理し、その後の冷却を80℃/分で冷却して、 前記同様磁石特性を測定した。

以上の特性結果をまとめたのが第1表である。 これによれば、熱処理を施とすことが極めて特性 の向上に重要であることが明らかである。

第 1 表

	熱処理	密度	磁石特性 Br(KG) zHc(Oe) (BH) _{max} (MGOe)		
		8 r/cc	Br (KG)	zHc(Oe)	(BH) _{max} (MGOe)
比較例			1 2.0	9.8	3 5
本実施例	熱処理	7.4	1 3.5	1 3.0	4 2

〔発明の効果〕

上記実施例から明らかなように,本発明によればR(希土類元素)-T(遷移金属元素)-P (亜金属元素)系永久磁石を粉末冶金法で得る場合に,焼結後に熱処理を施とすことにより従来の 希土類コベルト磁石(例えば SmCo₅, Sm₂Co₁₇ 磁石) に比して磁石特性 Br, Hc, (BH)_{max} が大幅向上 した磁石を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は,真空焼結後, 0.5~1000℃/分 の 速度で冷却した試料の各磁気特性と冷却速度の開 係を示す図である。

第2図は,真空焼結後,1℃/分で冷却した試料の最大エネルギ機と熱処理温度および熱処理後 の冷却速度との関係を示す図である。

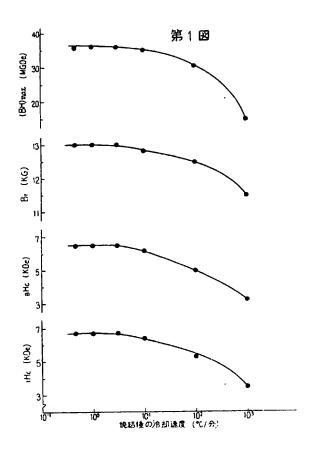
第3図は,真空焼結後,1℃/分 で冷却した試料の最大エネルギ積と熱処理時間の関係を示す図である。

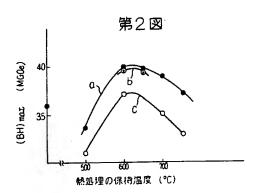
第4図は,真空焼結後,0.5~1000で/分で

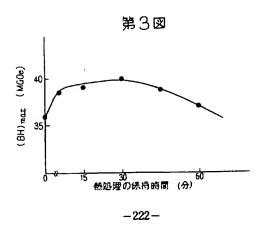
室温まで冷却し、600℃30分熱処理後約100 で/分 冷却した試料の各磁気特性と焼結後の冷却 速度の関係を示す図である。

代理人 (7127) 弁理士 後 藤 洋 介









Page 4 (JSheehan, 12/04/2000, EAST Version: 1.01.0015)

